

イマゾスルフロロン及びベンスルフロロンメチル試験法

1. 分析対象化合物

農薬等の成分である物質	分析対象化合物
イマゾスルフロロン	イマゾスルフロロン
ベンスルフロロンメチル	ベンスルフロロンメチル

2. 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

3. 試薬、試液

総則の3に示すものを用いる。

4. 標準品

イマゾスルフロロン 本品はイマゾスルフロロン99%以上を含む。

融点 本品の融点は183～184℃である。

ベンスルフロロンメチル 本品はベンスルフロロンメチル99%以上を含む。

融点 本品の融点は181℃である。

5. 試験溶液の調製

a 抽出法

検体を420 μmの標準網ふるいを通して粉砕した後、その10.0 gを量り採り、0.1 mol/L塩酸20 mLを加え、2時間放置する。

これにアセトン100 mLを加え、3分間細砕した後、ケイソウ土を1 cmの厚さに敷いたろ紙を用いてすり合わせ減圧濃縮器中に吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を採り、アセトン50 mLを加え、3分間細砕した後、上記と同様に操作して、ろ液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で約30 mLに濃縮する。

これをあらかじめ10%塩化ナトリウム溶液100 mLを入れた300 mLの分液漏斗に移す。酢酸エチル100 mLを用いて上記の減圧濃縮器のナス型フラスコを洗い、洗液を上記の分液漏斗に合わせる。振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、酢酸エチル層を300 mLの三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル50 mLを加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル層を上記の三角フラスコに合わせる。これに適量の無水硫酸ナトリウムを加え、時々振り混ぜながら15分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過する。次いで

酢酸エチル20 mLを用いて三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う操作を2回繰り返す。両洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で酢酸エチルを除去する。

この残留物に*n*-ヘキサン30 mLを加え、100 mLの分液漏斗に移す。これに*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、アセトニトリル層をすり合わせ減圧濃縮器に移す。*n*-ヘキサン層に*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 mLを加え、上記と同様の操作を2回繰り返す、アセトニトリル層をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下でアセトニトリルを除去する。この残留物にアセトン1 mLを加えて溶かす。

b 精製法

シリカゲルミニカラム (690 mg) にアセトン5 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに a 抽出法で得られた溶液を注入した後、アセトン10 mLを注入し、流出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40℃以下でアセトンを除去する。この残留物にアセトニトリルを加えて溶かし、正確に5 mLとした後、孔径0.45 μmのメンブランフィルターを用いてろ過し、これを試験溶液とする。

6. 操作法

a 定性試験

次の操作条件で試験を行う。試験結果は標準品と一致しなければならない。

操作条件

カラム充てん剤 オクタデシルシリル化シリカゲル (粒径5 μm) を用いる。

クロマトグラフ管 内径4.6 mm、長さ250 mmのステンレス管を用いる。

カラム温度 40℃

検出器 波長236 nmで操作する。

移動相 10%酢酸及びアセトニトリルの混液 (3:2) を用いる。ベンンスルフロメチルが10~15分で流出する流速に調整する。

b 定量試験

a 定性試験と同様の操作条件で得られた試験結果に基づき、ピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

7. 定量限界

イマズスルフロメチル 0.01 mg/kg

ベンンスルフロメチル 0.02 mg/kg

8. 留意事項

なし

9. 参考文献

なし

10. 類型

A